

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-243873

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和62年(1987)10月24日

D 06 M 11/04

A 61 L 9/04

D 01 F 6/62

D 06 M 21/00

3 0 2

3 0 1

K-8521-4L

6779-4C

A-6791-4L

M-6791-4L

B-8521-4L

審査請求 未請求 発明の数 1 (全7頁)

⑮ 発明の名称 消臭性ポリエステル繊維

⑯ 特 願 昭61-87278

⑰ 出 願 昭61(1986)4月16日

⑱ 発 明 者 植 松 久 志 三島市4845番地(町、丁目表示なし) 東レ株式会社三島工場内

⑲ 発 明 者 岡 田 武 彦 三島市4845番地(町、丁目表示なし) 東レ株式会社三島工場内

⑳ 出 願 人 東 レ 株 式 会 社 東京都中央区日本橋室町2丁目2番地

明 細 書

1. 発明の名称

消臭性ポリエステル繊維

2. 特許請求の範囲

(1) Cu、Fe、Ni金属化合物から選ばれる1種または2種以上の化合物を金属として0.3重量%以上5.0重量%以下含有したポリエステルであって、該ポリエステルが金属スルホネート基を含有するイソフタル酸を共重合したポリエステルである消臭性ポリエステル繊維。

(2) 金属化合物が無機酸および/または有機カルボン酸の塩であることを特徴とする特許請求の範囲第(1)項記載の消臭性ポリエステル繊維。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は消臭機能を有するポリエステル繊維に関するものである。

〔従来の技術〕

ポリエステル繊維は優れた風合、強度、耐久性などの点から、衣料用途をはじめ各種産業資

材用途にも広く用いられている。近年ふとんの詰め綿、シーツ、カーテン、カーペット、および各種フィルター用などに使用されるポリエステル繊維として消臭機能を付与した消臭性ポリエステル繊維の出現が強く要望されている。

従来、人間に不快を感じさせる悪臭成分の消臭方法として香料などで悪臭成分をマスキングする方法、悪臭成分を臭いのしない物質、または不揮発性物質に変えてしまう化学的方法、活性炭などに悪臭成分を吸着させる物理的方法、あるいは抗菌剤の殺菌作用を利用して、悪臭物質の発生を未然に防止する方法などがある。近年、植物に含まれる成分を精油として得た消臭剤を繊維に付与し商品化することが試みられている。しかしながら、これらの商品は消臭効果が不十分であり、また洗濯により、消臭剤が脱落して消臭効果が著しく低下するなどの欠点があった。また、繊維に抗菌剤を付与した繊維も商品化されているが、消臭効果の点で不十分であり、また一旦発生した悪臭を消臭する効果は

全くない。

一方、特開昭59-132937号公報には、 γ -アスコルビン酸と鉄(II)化合物を脱臭剤として、これを布に付与させた脱臭布帛が開示されている。

〔発明が解決しようとする問題点〕

前記した γ -アスコルビン酸と鉄(II)化合物を脱臭剤として、これを布に付与させた脱臭布帛は単に布帛を脱臭剤の担持体として利用しているために、洗濯により脱臭剤が脱落するばかりか、消臭効果の永続性に問題があった。

本発明は前記した従来技術の問題点を克服し、消臭金属化合物をポリエステル中に安定に含有したポリエステル繊維であり、かつ洗濯しても消臭機能が低下することがなく、効果の永続性に優れた消臭繊維を提供することにある。

〔問題点を解決するための手段〕

前記した本発明の目的はCu、Fe、Ni金属化合物から選ばれる1種または2種以上の化合物を金属として0.3重量%以上5.0重量%以下

酸成分のポリエステルへの共重合量は特に限定されないが、改質ポリエステル重合体の全酸成分を基準として、1モル%以上10モル%未満が脱臭剤の脱落防止および消臭効果の永続性の点で好ましく、特に好ましくは2モル%以上7モル%以下である。

本発明におけるポリエステルとは通常の線状ポリエステルを意味し、特に限定されないが、例えばテレフタル酸あるいはそのエステルを主たるジカルボン酸成分とし、グリコール成分として、エチレングリコールもしくはテトラメチレングリコールを主たるグリコール成分とするポリエチレンテレフタレートおよびポリブチレンテレフタレートが好ましく使用できる。また、本発明の金属スルホネート基を含有するイソフタル酸成分を共重合した改質ポリエステルは必要に応じてジカルボン酸成分の一部を、例えば、アジピン酸、セバシン酸、ドデカン二酸等のジカルボン酸またはそのエステル、 p - β -オキシエトキシ安息香酸等のオキシカルボン酸また

含有したポリエステルであって、該ポリエステルが金属スルホネート基を含有するイソフタル酸を共重合したポリエステルである消臭性ポリエステル繊維によって達成できる。

本発明のポリエステル繊維とは織物、編物、不織布またはその加工製品を構成する繊維をいうが、ポリエステル繊維以外の繊維、例えば、木綿、麻、羊毛などの天然繊維、一般のポリエステル、ナイロン、アクリルなどの合成繊維、およびアセテート、レーヨンなどの半合成繊維などの混織、混紡、交編織したものであっても良い。この場合、本発明のポリエステル繊維の含有比率は消臭効果の点で30%以上が好ましく、より好ましくは50%以上である。

本発明の共重合成分である金属スルホネート基を含有するイソフタル酸成分とはLi、Na、およびKの金属塩を意味し、特に限定されないが、好適には(5-ナトリウムスルホ)イソフタル酸残基である。

該金属スルホネート基を含有するイソフタル

はそのエステルで置き変えても良く、また脂肪族グリコールの一部を例えば1,4-ビス(β -オキシエトキシ)ベンゼン、ビスフェノール-Aのビスグリコールエーテル、ポリアルキレングリコール等の主グリコール成分以外のグリコール成分で置き変えても良い。

さらにペンタエリスリトール、トリメチロールプロパン、トリメリット酸、トリメシン酸等の鎖分岐剤を少割合使用することも可能である。

また、本発明のポリエステル繊維は通常のポリエステル繊維と同様に酸化チタン、カーボンブラック等の顔料のほかに従来公知の抗酸化剤、着色防止剤、耐光剤、帯電防止剤等が配合されたものでも良い。

本発明でいうポリエステルに含有するCu、Fe、Ni金属化合物とは無機酸または有機カルボン酸の金属塩が好ましく、具体的には無機酸の金属塩として硫酸銅、硝酸銅、塩化銅、硫酸鉄、硝酸鉄、塩化鉄、硫酸ニッケル、硝酸ニッケル、

塩化ニッケル等の水溶性金属化合物などが挙げられる。中でも特に硫酸鉄が好ましい。また有機カルボン酸の金属としては、Cu、Fe、Niの硫酸塩、乳酸塩、酢酸塩、グリコール酸塩、安息香酸塩などが例示される。

本発明においてポリエステル繊維中のCu、Fe、Ni化合物の含有量は金属含有量として0.3～5.0重量%とする必要があり、1.0～3.0重量%がより好ましい。

ポリエステル繊維中の金属含有量が0.3重量%未満では本発明の目的とする消臭効果が不十分となる。また、5.0重量%を越えると効果が飽和するばかりでなく、金属スルホネート基を含有するイソフタル酸成分の共重合量を多くしないと達成できない。金属スルホネート基を含有するイソフタル酸成分の共重合量を多くすることは前述した通り、ポリエステル繊維の繊維物性を低下させるので好ましくない。

本発明の消臭ポリエステル繊維は金属スルホネート基を含有するイソフタル酸を共重合した

重量%以上3.0重量%以下の水溶液で浴比1:10から1:100が特に好ましい。なお、後加工する際、一般に使用されているポリエステル繊維用キャリアー、pH調整剤のほか金属化合物安定剤などを少量使用してもよい。また染料などを配合し、染色同時処理しても勿論良い。このほか、一般的な親水加工に代表される樹脂加工と組み合わせることも可能である。本発明において、Cu、Fe、Ni金属化合物をポリエステル繊維に含有させる方法としては一般的な後加工法、例えば浸漬加熱法、パッドスチーム法、パッド・ドライ法、パッド・パッチ法等のいずれの方法でも良いが、浸漬加熱法が最も好ましい。本発明において金属化合物のポリエステル繊維中の含有量、すなわち、吸尽量はポリエステル繊維中の金属スルホネート基含有量に大旨比例しているのである。このように、特定のCu、Fe、Ni金属化合物が金属スルホネート基を含有する改質ポリエステル繊維に選択的に吸尽固着され、また消臭機能も付与されるのである。

ポリエステル製造工程、すなわち、エステル化反応前または後、エステル交換反応前または後、あるいは共重合ポリエステルにCu、Fe、Ni金属化合物または金属化合物含有ポリマを配合して製造することができるが、好適には例えば、次のようにして製造される。

すなわち、金属スルホネート基を含有するイソフタル酸を共重合したポリエステル繊維にCu、Fe、Ni化合物を含有せしめる方法としては一般的な後加工法、例えば液中浸漬による浸漬加熱法、パッド・キュア法、パッド・スチーム法、スプレー法、コーティング・キュア法、コーティング・スチーム法など、いろいろな方法が適用できるが、最も浸漬加熱法が有効である。その際の加熱温度と時間は50℃以上130℃以下で15分以上240分以下である。特に浸漬加熱法では100℃以上130℃以下で60分から120分までの処理時間が好ましい。Cu、Fe、Ni化合物の処理液濃度は0.5重量%以上、20重量%以下であり、浸漬加熱法では0.5

後加工に際しては金属化合物の分解などを防止する目的から、処理系内を窒素やヘリウムなどの不活性ガスで置換後処理する方法、または処理液中に少量の還元剤を併用するとよい。

[実施例]

以下、本発明を実施例により、さらに詳細に説明する。

なお、実施例中の物性は次のようにして測定した。

A. ポリエステル中の金属含有量

タフタ7gを溶融し、円板状とした後、蛍光X線分析装置(Rigaku電機工業社製3064型)を使用し、金属含有量を測定した。

B. 消臭効果

尿尿、鶏糞、下水汚泥各10gを500ml三口セバラブルフラスコに入れ、セバラブルフラスコの方の口から空気を10ml/分の割合で送り、一方の口より、評価サンプルタフタ10gを投入した1000ml三角フラスコに30分間導入し、密栓後、48時間室温

で放置した後、モニター5人で臭気の程度を評価した。

C. 金属化合物の脱落試験

①洗濯：ザブ酵素（花王石鹼（株）製）

3g / 1

条件：40℃で10分

②ソーピング：サンデットG-29（三洋化成（株）製）

2g / 1

③還元洗浄：水酸化ナトリウム 0.5g / 1

ハイドロサルファイト 1g / 1

サンデットG-29 2g / 1

条件：40℃で10分

④ドライ・クリーニング：パークロルエチレン

条件：50℃で30分

上記処理サンプルを蛍光X線分析により、金属含有量を測定し、金属化合物の脱落程度を調べた。

実施例1

ジメチルテレフタレート 150Kg、エチレンジ

リコール94Kg、酢酸リチウム 2水塩 210g、酢酸マンガ 4水塩30g、三酸化アンチモン60gの混合物にジメチル（5-ナトリウムスルホ）イソフタレート12Kg（5.1モル%共重合）を添加し、大気圧下 140℃から 235℃まで攪拌しながら 4時間かけて昇温しエステル交換反応を終了した。次いで、トリメチルフォスフェイト64.5g および二酸化チタンスラリーを810gを添加した後、常法に従って、280℃で 3時間30分かけて重縮合反応させた。次いで得られたポリマを真空乾燥し、下記に示す条件で溶融紡糸した。

口金：0.27 mmφ×0.44 mm（丸孔）

単孔当り吐出量：0.79g/min・hole

紡糸温度：300℃

紡糸速度：1100m/min

ろ過：#60/#80サンド使用

さらに得られた未延伸糸を下記に示す延伸条件でホットロール延伸を行い、75デニール36フィラメントの延伸糸を得た。

延伸温度（第1ホットロール）：87℃

熱処理温度（第2ホットロール）：150℃

延伸速度：520m/min

燃数：13t/min

延伸倍率：残留伸度が30～40%になるように設定

次に上記延伸系の原糸物性は強度3.0g/d、伸度32%であった。この延伸糸をタテ・ヨコに用い、レピア織機によりタテ密度118本/inchのタフタを製織した。

次に、この生機を下記に示す条件で消臭加工した。

①糊抜き精練（オープンソーバーm/c）

非イオン系界面活性剤：1g / 1

カセイソーダ：1g / 1

処理条件：98℃、1分

②乾燥（ショートループドライヤー）

処理条件：130℃、1分

③中間セット（ピンテーター）

処理条件：180℃、1分

④消臭加工（サーキュラー染色機）

硫酸第一鉄の7水和物：1.0重量%水溶液

浴比：1:50

処理条件：98℃、60分

⑤洗浄（サーキュラー染色機）

ラッコールPSK（明成化学製洗浄剤）：2g / 1

酢酸（工業用）：0.5g / 1

処理条件：60℃、20分

⑥乾燥（ショートループドライヤー）

処理条件：130℃、1分

処理後のタフタ中のFe含有量を蛍光X線分析法により測定したところ、1.32重量%であった。消臭効果を評価したモニターは5人共臭気を全く感じなかった。

また、表1から明らかなように洗濯後であっても十分な効果を示した。

実施例2～5、比較例1～2

実施例1において、ジメチル（5-ナトリウ

ムスルホ)イソフタレーとを表1に示す量共重合した以外は実施例1と同様にしてポリエステルタフタを製織後、消臭加工した。

(以下余白)

表 1

	ジメチル(5-ナトリウムスルホ)イソフタレート (モル%)	タフタ中のFe含有量 (金属Feの重量%)	消臭効果	脱着性(処理後のタフタ中のFe重量%)				
				A. 洗濯		B. ソービング	C. 還元洗浄	D. ドライクリーニング
				Fe量	洗濯後の [*] 消臭効果			
実施例 1	5.1	1.32	◎	1.50	◎	1.23	1.27	1.30
2	2.1	0.33	○	0.32	○	0.30	0.28	0.32
3	3.1	0.62	◎	0.60	◎	0.61	0.58	0.60
4	4.1	0.98	◎	0.95	◎	0.94	0.92	0.96
5	6.5	2.09	◎	2.04	◎	2.07	2.00	2.04
比較例 1	0	0.011	×	0.000	×	0.000	0.000	0.001
2	0.9	0.065	△	0.049	△	0.045	0.025	0.058

- ・ ◎ 臭気を5人共全く感じない。
- 臭気を感じる人が1名いた。
- △ 臭気をわずかに感ずる。
- × 臭気を5人共感ずる。

表1の結果から明らかなように本発明の範囲内の金属化合物を含有した消臭性ポリエステル繊維は洗濯後においても十分な消臭効果が認められたが、本発明以外のものはいずれも消臭性が不十分であった。

ジメチル(5-ナトリウムスルホ)イソフタレートを追加しないレギュラーポリエステルは鉄化合物の吸尽率が低く、添加量が低い場合にも吸尽率は極端に低下することが表1からわかる。

なお、各種脱落性テスト結果から本発明は洗濯などの耐久性に優れた消臭繊維であると言える。また、硫酸第一鉄は繊維内部に吸尽固着していることがこのテスト結果からわかる。

実施例6, 7

実施例1において消臭剤を硫酸第一鉄に代えて硫酸ニッケル(Ⅱ)、および硫酸第二鉄を使用した以外、実施例1と同様に消臭加工した。

このタフタ中のNiおよびCu含有量を蛍光×線

分析法により測定したところ、Niは1.30重量%、Cuは1.20重量%であった。また、各種脱落性評価結果も良好であり、洗濯後であっても十分な消臭効果が認められた。

[発明の効果]

本発明は上述したように銅、鉄、ニッケル金属化合物から選択される1種以上の金属化合物が金属スルホネート基を含有するイソフタル酸を共重合したポリエステル繊維に含有されてなる消臭性ポリエステル繊維であり、特にアンモニアやアミン類等の悪臭を消臭する効果に優れている。また、金属化合物はポリエステル繊維内部に固着するため、家庭での洗濯で脱落することなく、良好な消臭効果を持続する。これは、消臭剤である金属化合物と共重合成分が含有する金属スルホネートの親和性に基づくものと考えられる。

したがって、本発明の消臭性ポリエステル繊維はふとんの詰め綿やシャツ、下着、くつ下等の各種衣料品、およびカーテン、カーペット、

アートフラワー等の室内装飾品にも有効に使用することができる。

また、本発明の消臭性ポリエステル繊維は人間に不快な一般の悪臭成分の除去に優れた効果を示すばかりでなく、その効果も永続性が在り、極めて利用価値の高いものである。

特許出願人 東レ株式会社

手続補正書

昭和61年7月28日

特許庁長官 黒田明雄 殿

1. 事件の表示

昭和61年特許願第 87278 号

2. 発明の名称

消臭性ポリエステル繊維

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人
住 所 東京都中央区日本橋室町2丁目2番地
名 称 (315) 東レ株式会社
代表取締役社長 伊藤昌壽

4. 補正命令の日付

自 発

5. 補正により増加する発明の数 なし

6. 補正の対象

明細書の「特許請求の範囲」および「発明の詳細な説明」の各欄

7. 補正の内容

特許庁

- (1) 明細書の「特許請求の範囲」を別紙の通り補正する。
- (2) 明細書第9頁8～14行目
「本発明において、……最も好ましい。」を削除する。
- (3) 同第13頁4行目
「燃数：13 t/min」を「燃数：13 t/m」と補正する。
- (4) 同第17頁17行目
「硫酸第二鉄」を「硫酸第二銅」と補正する。

以 上

「2. 特許請求の範囲

- (1) Cu、Fe、Ni 金属化合物から選ばれる1種または2種以上の化合物を金属として0.3重量%以上5.0重量%以下含有したポリエステルであって、該ポリエステルが金属スルホネート基を含有するイソフタル酸を共重合したポリエステルである消臭性ポリエステル繊維。
- (2) 金属化合物が無機酸および／または有機カルボン酸の塩であることを特徴とする特許請求の範囲第(1)項記載の消臭性ポリエステル繊維。」

以 上

DERWENT-ACC-NO: 1987-338753**DERWENT-WEEK:** 198748*COPYRIGHT 2009 DERWENT INFORMATION LTD*

TITLE: Deodorising polyester fibre,
useful for wadding, sheets, etc.
contg. polyester comprising
copper, iron, and/or nickel cpds.
and metal sulphonate gp-contg.
isophthalic acid component

PATENT-ASSIGNEE: TORAY IND INC[TORA]**PRIORITY-DATA:** 1986JP-087278 (April 16, 1986)**PATENT-FAMILY:**

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE
JP 62243873 A	October 24, 1987	JA

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP 62243873A	N/A	1986JP-087278	April 16, 1986

INT-CL-CURRENT:

TYPE	IPC DATE
-------------	-----------------

CIPP	A61L9/04	20060101
CIPS	D01F6/62	20060101
CIPS	D01F6/92	20060101
CIPS	D06M11/00	20060101
CIPS	D06M11/56	20060101
CIPS	D06M13/184	20060101
CIPS	D06M23/00	20060101
CIPN	D06M101/00	20060101
CIPN	D06M101/16	20060101
CIPN	D06M101/30	20060101
CIPN	D06M101/32	20060101

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 62243873 A

BASIC-ABSTRACT:

The deodorising polyester fibre is made from a polyester at least contg. one cpd. selected from among copper, iron and nickel cpds in 0.3-5.0 (1.0 - 3.0) wt.% as metal and has metal sulphonate gp-contg. isophthalic acid component as comonomers. Pref metal cpd is inorganic acid and/or organic carboxylic acid salt. The inorganic acid salt is e.g. copper iron or nickel-sulphate (nitrate, chloride), etc. Most pref. is iron sulphate. The organic carboxylic acid salt is e.g. copper (iron, nickel) oxalate, lactate, acetate, glycolate, benzoate, etc. The isophthalic acid component is copolymerised in less than 10, (2-7) mol% of total acid components for polyester. Pref. is 5-sodium sulphisophthalate. Pref. polyesters are PET and polybutylene terephthalate.

ADVANTAGE - The polyester fibre has good deodorising effect which stands repeated washing. Useful for wadding, sheet, curtain, carpet and filter.

TITLE-TERMS: DEODORISE POLYESTER FIBRE
USEFUL WADDING SHEET CONTAIN
COMPRISE COPPER IRON NICKEL
COMPOUND METAL SULPHONATE
GROUP ISOPHTHALIC ACID
COMPONENT

ADDL-INDEXING-TERMS: POLYETHYLENE TEREPHTHALATE

DERWENT-CLASS: A60 D22 E31 E32 F06 P34

CPI-CODES: A05-E01B; A05-E05; A08-M04; A12-S05T; D09-A01A; E05-L02A; E05-L02C; E05-L03B; E35-A; E35-U04; E35-U05; E35-W; F01-D04; F03-C;

CHEMICAL-CODES: Chemical Indexing M3 *01*
Fragmentation Code A426 A428 A429
A940 C108 C316 C540 C730 C801
C802 C803 C804 C805 M411 M781
Q130 Q254 Q322 Q604 R023 Specific
Compounds R01729 R01759 R01803
R03295 Registry Numbers 101933
115 3249 3492 6680 74

Chemical Indexing M3 *02*
Fragmentation Code A426 A428 A429
A940 C108 C307 C510 C730 C801
C802 C803 C804 C807 M411 M781
Q130 Q254 Q322 Q604 R023 Specific
Compounds R01610 R01918 R01958
R03294 Registry Numbers 129372

129374 152 1553 6680

Chemical Indexing M3 *03*
 Fragmentation Code A426 A428 A429
 A940 C017 C100 C730 C801 C803
 C804 C805 C806 C807 M411 M781
 Q130 Q254 Q322 Q604 R023 Specific
 Compounds R01547 R01726 R01939
 R04007 Registry Numbers 123 147
 479 6680 874 95071

Chemical Indexing M3 *04*
 Fragmentation Code A426 A428 A429
 A960 C710 H4 H401 H481 H8 J0 J011
 J1 J171 M280 M311 M312 M320 M321
 M331 M340 M342 M349 M381 M391
 M411 M510 M520 M530 M540 M620
 M630 M781 Q130 Q254 Q322 Q604
 R023 Markush Compounds 8748D4401
 Registry Numbers 6680

Chemical Indexing M3 *05*
 Fragmentation Code A426 A428 A429
 A960 C710 G010 G100 J0 J011 J012
 J1 J131 J172 L560 M280 M320 M411
 M510 M520 M530 M531 M540 M620
 M630 M781 Q130 Q254 Q322 Q604
 R023 Markush Compounds 8748D4402
 Registry Numbers 6680

UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-	; 0247U ; 0258U ;
NUMBERS :	1152U ; 1547U ;
	1610U ; 1626U ;
	1726U ; 1729U ;
	1759U ; 1803U ;
	1918U ; 1939U ; 1958U

POLYMER-MULTIPUNCH-CODES-AND-KEY-SERIALS:

Key Serials: 0004 0016 0037 0044 0105 0123
 0132 0203 0206 0211 0224 0231
 1291 1319 1323 1462 1464 2319
 2528 2572 2674 2703 2762 2763
 2819 2822

Multipunch Codes: 038 04- 05- 06- 07- 075 09& 09-
 143 144 15- 151 155 163 166 167
 169 170 171 173 18& 19- 230 342
 42- 44& 481 483 525 527 532 536
 546 614 641 664 666 677 720 725

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: 1987-144842

Non-CPI Secondary Accession Numbers: 1987-253420